

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problems Mailbox.**

THIS PAGE BLANK (USPTO)



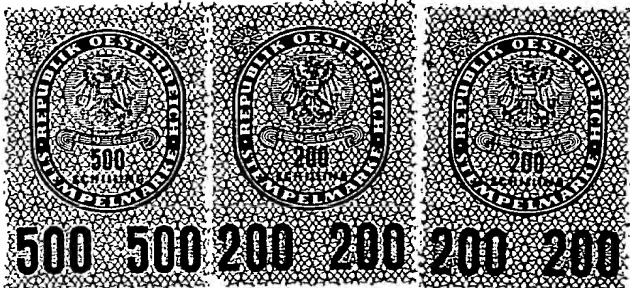
ST/EP 99 / 08462

REC'D 03 DEC 1999

WIPO PCT

ÖSTERREICHISCHES PATENTAMT

A-1014 WIEN, KOHLMARKT 8 - 10



4

EP 99 / 8462

Aktenzeichen A 1894/98

Das Österreichische Patentamt bestätigt, dass

**die Firma Agrolinz Melamin GmbH
in A-4021 Linz, St. Peter-Straße 25,**am **13. November 1998** eine Patentanmeldung betreffend**"Verfahren zur Herstellung von reinem Melamin",**überreicht hat und dass die beigeheftete Beschreibung mit der
ursprünglichen, zugleich mit dieser Patentanmeldung überreichten
Beschreibung übereinstimmt.**PRIORITY
DOCUMENT**SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Österreichisches Patentamt

Wien, am 22. September 1999

Der Präsident:

i. A.

**HRNCIR**
Fachoberinspektor

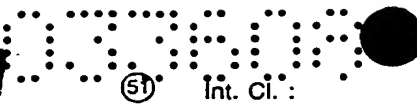
ÖSTERREICHISCHES PATENTAMT
Verwaltungsstellen-Direktion

.....300,- S ..21,80... €

Kanzleigegebühr bezahlt.

Ballaum

A 1894/98-1



Urtext

AT PATENTSCHRIFT

⑪ Nr.

⑦③ Patentinhaber: Agrolinz Melamin GmbH

⑤④ Gegenstand: Verfahren zur Herstellung von reinem Melamin

⑥① Zusatz zu Patent Nr.

⑥② Ausscheidung aus:

②② ②① Angemeldet am:

③③ ③② ③① Unionspriorität:

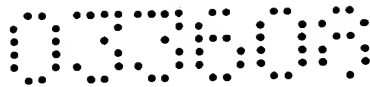
④② Beginn der Patentdauer:
Längste mögliche Dauer:

④⑤ Ausgegeben am:

⑦② Erfinder:

⑥① Abhängigkeit:

⑤⑥ Entgegenhaltungen, die für die Beurteilung der Patentierbarkeit in Betracht gezogen wurden:

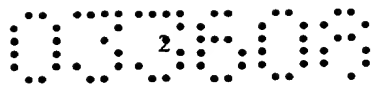


Verfahren zur Herstellung von reinem Melamin

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von reinem Melamin in einem Hochdruckprozeß, bei dem die Melaminschmelze vor der Verfestigung unter Zufuhr von Ammoniak gekühlt und anschließend wäßrig aufgearbeitet wird.

Die Herstellung von Melamin durch Pyrolyse von Harnstoff ist beispielsweise aus "Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Vol A16, 5th ed (1990), Seiten 171-185" bekannt. In dem darin beispielhaft beschriebenen Montedison-Prozeß wird Harnstoff in einem Reaktor bei 370 °C und 70 bar gemeinsam mit Ammoniak während 20 min zersetzt. Das dabei im wesentlichen aus einer Melaminschmelze, Ammoniak und CO₂ bestehende Reaktionsgemisch wird anschließend in einen Quencher auf 25 bar entspannt und bei 160 °C mit einer wäßrigen NH₃/CO₂-Lösung behandelt, wobei festes Melamin ausfällt. Um eventuell nicht umgesetzten Harnstoff oder Nebenprodukte zu zersetzen, wird die dabei erhaltene Rohmelamin-Suspension gegebenenfalls für einige Zeit im Quencher belassen. Anschließend wird die Melaminsuspension gegebenenfalls in einem Stripper von NH₃ und CO₂ befreit, durch Zugabe von Mutterlauge verdünnt, wobei das Melamin gelöst wird. Nach Zugabe von Natronlauge und Aktivkohlebehandlung wird das Melamin auskristallisiert.

In einem weiteren Melaminprozeß (Nissan-Prozeß) erfolgt die Harnstoffzersetzung bei 100 bar und 400 °C, wobei die eingesetzte Harnstoffschmelze vor der Melaminsynthese zum Auswaschen von Melamin und Harnstoff aus den Offgasen des Melaminreaktors verwendet wird. Die erhaltene Melaminschmelze wird, gegebenenfalls nach einem "aging"-Schritt, mit einer wäßrigen Ammoniaklösung gequenchet, dabei gelöst und zur Zersetzung von Verunreinigungen bei 180 °C ver-

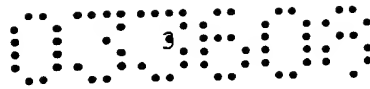


weilen gelassen. Nach Strippen des Ammoniaks und Filtrieren der Lösung wird das Melamin auskristallisiert. Gemäß US 3,637,686 wird die Melaminschmelze vor dem Quenchen mit wäßrigem Ammoniak in einem ersten Schritt mit kaltem flüssigem oder gasförmigem Ammoniak bei einem Druck von 5 bis 100 bar und einer Temperatur von 200 bis 270 °C gequencht, wobei sich das Melamin verfestigt.

Das bei der Melaminsynthese primär anfallende Rohmelamin, das je nach Herstellungsverfahren ca. 94 bis 97 Gew.% Melamin, sowie insbesondere Melam, Melen, Melon, Ureidomelamin, Ammelin und Ammelid als wesentliche Verunreinigungen enthält, ist jedoch wegen der nicht ausreichenden Qualität der damit herstellbaren Harze für die meisten Anwendungen nicht bzw. nur unzureichend geeignet. Um zu einem reinen Melamin zu gelangen sind zusätzliche weitere Verfahrensschritte, wie z.B. Umkristallisieren, notwendig.

Es stellte sich demnach die Aufgabe, ein einfacheres Verfahren zu finden, mit dem Melamin in besserer Reinheit sowie mit guten Ausbeuten erhalten werden kann. Erfindungsgemäß konnte dieses Ziel dadurch erreicht werden, daß die vom Melaminreaktor kommende Rohmelaminschmelze vor der Verfestigung und wäßrigen Aufarbeitung unter Aufnahme von weiterem Ammoniak bis nahe über den Schmelzpunkt abgekühlt wird.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist demnach ein Verfahren zur Herstellung von reinem Melamin, dadurch gekennzeichnet, daß die in einem Hochdruckprozeß aus Harnstoff hergestellte Melaminschmelze, gegebenenfalls nach Strippen der Offgase und gegebenenfalls nach Verweilen in einem Aging-Behälter, unter Zufuhr von Ammoniak auf eine Temperatur, die etwa 1 bis 50 °C über dem vom



jeweiligen Ammoniakdruck abhängigen Schmelzpunkt des Melamins liegt, gekühlt wird, worauf entweder

- a) mit Wasser oder einer wäßrigen, Ammoniak und/oder Melamin enthaltenden Lösung oder Suspension gequenchet und das Melamin verfestigt - oder
- b) mit kaltem flüssigem oder gasförmigem Ammoniak gequenchet wird, wobei sich das Melamin verfestigt, welches dann in einem zweiten Schritt mit Wasser oder einer wäßrigen Ammoniak und/oder Melamin enthaltenden Lösung oder Suspension weiter gekühlt und
- c) das Melamin anschließend isoliert wird.

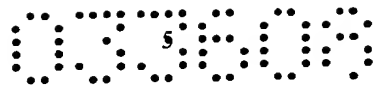
In Melamin-Hochdruckprozessen wird Melamin bei Drücken von etwa 70 bis 800 bar und Temperaturen von mindestens etwa 370 °C in flüssiger Form als Schmelze erhalten. Die bei der Melaminsynthese entstehenden, insbesondere NH_3 und CO_2 enthaltenden Offgase können entweder vor oder nach dem Abkühlen der Schmelze abgetrennt werden. Vorteilhafterweise werden die Offgase durch Hindurchleiten durch eine Harnstoffschmelze gewaschen, wobei insbesondere mit den Offgasen mitgerissene Teilchen von Melamin bzw. von nicht umgesetztem Harnstoff ausgewaschen werden. Dabei wird die Harnstoffschmelze durch die heißen Offgase erwärmt und vorteilhafterweise zur Melaminsynthese in einen Melaminreaktor geführt, während die gereinigten Offgase vorteilhafterweise in einen Harnstoffreaktor geführt werden. Die Offgase können entweder direkt in den Harnstoffreaktor geführt werden, oder sie werden beispielsweise mit Hilfe von Ammoncarbonat- oder Ammoncarbamatlösungen, die beispielsweise in der Melaminanlage oder der Harnstoffanlage anfallen, kondensiert. Die dabei anfallende Wärme kann beispielsweise zum Vorwärmen des in der Harnstoffanlage eingesetzten Ammoniaks oder zur Produktion von Dampf verwendet werden.

Nach Abtrennen der Offgase kann die Melaminschmelze vorteilhafterweise gestrippt werden, beispielsweise mit NH_3 , wodurch vor allem restliches CO_2 ent-

fernt wird. Weiters ist es vorteilhaft, die Melaminschmelze in einem Aging-Behälter verweilen zu lassen, wie beispielsweise in WO96/23778 oder WO96/20182 beschrieben. Die erfindungsgemäße Abkühlung auf die etwa 1 bis 50 °C über dem vom jeweiligen Ammoniakdruck abhängigen Schmelzpunkt des Melamins liegende Temperatur kann entweder über Wärmetauscher oder durch Zufuhr von kaltem flüssigem, gasförmigem oder überkritischem NH_3 in den Gasraum über der Schmelze erfolgen oder bevorzugt durch Einleiten in die Schmelze, bzw. durch eine Kombination dieser Kühlmaßnahmen, wobei eine gute Durchmischung, beispielsweise durch Durchleiten des NH_3 , eventuell durch zusätzliche Mischeinrichtungen, wie z.B. Rührer, Statikmischer etc. von Vorteil ist. Dabei wird im Idealfall eine mit NH_3 gesättigte Melaminschmelze erhalten. In Abhängigkeit von den Verfahrensbedingungen sowie von der Menge des zugeführten NH_3 können erfindungsgemäß jedoch auch beim jeweiligen Druck und der jeweiligen Temperatur mit NH_3 übersättigte oder untersättigte Melaminschmelzen erhalten werden. Die Schmelze wird bevorzugt auf eine Temperatur abgekühlt, die etwa 1 bis 30 °C über dem vom jeweiligen Ammoniakdruck abhängigen Schmelzpunkt des Melamins liegt. Als besonders günstig erweist es sich, wenn auf eine solche Temperatur gekühlt wird, die möglichst knapp über dem vom jeweiligen Ammoniakdruck abhängigen Schmelzpunkt des Melamins liegt. Bevorzugt erfolgt die Abkühlung während einer Zeit von etwa 1 min bis 10 h, besonders bevorzugt von etwa 1 min bis 1 h. Der Ammoniakdruck während der Abkühlung liegt bevorzugt bei etwa 50 bis 1000 bar, wobei Drücke von etwa 50 bis 400 bar besonders bevorzugt sind. Dabei ist es vorteilhaft, wenn durch die Ammoniakzufuhr gleichzeitig eine Druckerhöhung erfolgt.

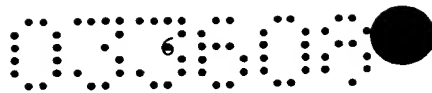
Die Schmelzekühlung kann beispielsweise im Aging-Behälter oder auch in einem eigenen geeigneten Behälter oder Wärmetauscher erfolgen.

Das im Anschluß an die Abkühlung der Schmelze erfolgende Quenchen erfolgt durch Vermischen der abgekühlten Melaminschmelze mit Wasser, einer wäßrigen



Lösung oder Suspension (gemäß a) oder mit Ammoniak und anschließend mit Wasser, einer wäßrigen Lösung oder Suspension (gemäß b). Die Vermischung erfolgt besonders vorteilhaft und intensiv durch Versprühen oder Einleiten der einzelnen Substanzen, bzw. durch Versprühen oder Einleiten der Schmelze in die vorgelegte Lösung oder Suspension unter gleichzeitiger Druckminderung. Zum Quenchen der Melaminschmelze in Stufe a) kann besonders vorteilhaft und wirtschaftlich die bei der Verfestigung bzw. Kristallisation und Isolierung des Melamins anfallende Mutterlauge rückgeführt und wieder verwendet werden. Die Temperatur beim Quenchen der Melaminschmelze mit Wasser oder einer wäßrigen, Ammoniak und/oder Melamin enthaltenden Lösung oder Suspension gemäß Schritt a) liegt bevorzugt bei etwa 25 bis 300 °C, besonders bevorzugt bei etwa 50 bis 200 °C, der Druck bei etwa 1 bis 100 bar, besonders bevorzugt bei etwa 1 bis 50 bar. Die Temperatur stellt sich in Abhängigkeit von den Betriebsbedingungen im Quencher, insbesondere von Druck, Konzentrationen und Durchflußgeschwindigkeiten ein. Das Quenchen gemäß b) mit Ammoniak erfolgt bevorzugt bei etwa 200 bis 270 °C und einem Druck von etwa 1 bis 100 bar, besonders bevorzugt bei etwa 1 bis 50 bar, wobei anschließend in einem zweiten Kühl-schritt mit Wasser oder einer wäßrigen Ammoniak und/oder Melamin enthaltenden Lösung oder Suspension bevorzugt auf etwa 50 bis 200 °C weiter gekühlt wird. Das bei der Abkühlung erhaltene kristallisierte bzw. verfestigte Melamin wird anschließend durch Abtrennen der Mutterlauge, beispielsweise durch Filtration oder Zentrifugieren isoliert und dann getrocknet, wobei Melamin vor allem wegen des Wegfalls weiterer Reinigungsschritte in guter Ausbeute und mit guter Reinheit im Bereich von etwa 99 % erhalten wird.

Das Quenchen erfolgt vorteilhaft kontinuierlich in einem der Schmelzekühlung nachgeschalteten Quench-Behälter. Dabei tritt beispielsweise flüssiges Melamin mit einer Temperatur, die knapp über dem vom jeweiligen Ammoniakdruck abhängigen Schmelzpunkt bis etwa 370 °C liegt und einem Druck von etwa 100



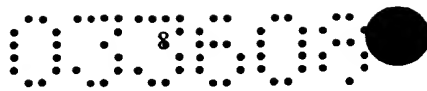
bis 400 bar am oberen Teil in den Quench-Behälter ein und wird sowohl mit Wasser als auch mit der im Kreislauf rückgeführten wäßrigen Suspension von festem Melamin in einer wäßrigen Melaminlösung aus dem Quench-Behälter bzw. mit rückgeführter Mutterlauge, die ebenfalls oben in den Quench-Behälter eingesprüht werden, gequenchet. Das eingesprühte Wasser besitzt beispielsweise eine Temperatur von etwa 25 bis 90 °C, die eingesprühte Suspension bzw. Mutterlauge eine Temperatur von etwa 25 bis 150 °C bei einem Druck von etwa 1 bis 10 bar. Gemäß diesem Beispiel wird die Temperatur im Quench-Behälter etwa konstant gehalten, die Melamin-Suspension im Quench-Behälter wird vorteilhafterweise gerührt, der nicht im Kreislauf rückgeführte Teil der Melamin-Suspension, die neben festem Melamin auch gelöstes Melamin und Ammoniak enthält, wird kontinuierlich am unteren Teil des Quench-Behälters abgezogen, das Melamin durch Filtration oder Zentrifugieren isoliert und getrocknet und die Mutterlauge teils rückgeführt, teils ausgeschleust.

Zur Erzielung höherer und höchster Reinheitsgrade kann das Melamin umkristallisiert werden. Dabei ist es auch möglich, das gemäß a) oder b) erhaltene Melamin, ohne vorherige Isolierung, direkt in der Suspension durch Zufuhr einer wäßrigen ammoniakalischen Lösung zu lösen, wobei besonders bevorzugt und wirtschaftlich die bei der Verfestigung bzw. Kristallisation des Melamins anfallende Mutterlauge rückgeführt und zum Lösen verwendet wird. Eventuell durch Hydrolyse gebildete Nebenprodukte, vor allem die Oxyaminotriazine, wie z.B. Ammelin und Ammelid, können gegebenenfalls durch Zugabe von Alkali, beispielsweise NaOH, in Lösung gehalten werden. Die Lösung wird gegebenenfalls verweilen gelassen, gegebenenfalls wird noch gelöstes NH_3 gestrippt und gegebenenfalls mit Aktivkohle behandelt. Anschließend wird filtriert, das Melamin auskristallisiert, beispielsweise durch weitere Abkühlung und/oder Verminderung des Druckes bzw. Anlegen eines Vakuums, von der Mutterlauge abgetrennt und getrocknet.

033508

Das gemäß vorliegender Erfindung erhaltene Melamin besitzt im Vergleich zu herkömmlichem Melamin nach Quenchen mit Wasser eine höhere Reinheit, und die Ausbeute nach dem Umkristallisieren ist höher.

Im Anschluß an das Trocknen kann das Melamin zur weiteren Verbesserung der Qualität getempert werden. Das isolierte, gegebenenfalls umkristallisierte Melamin wird dabei bevorzugt unter NH_3 -Druck von etwa 5 bis 600 bar, bevorzugt von etwa 5 bis 100 bar und bei einer Temperatur von etwa 100 °C bis unterhalb des vom jeweiligen NH_3 -Druck abhängigen Schmelzpunktes des Melamins für eine Zeit von etwa 5 min bis 10 h, bevorzugt von etwa 5 min bis 5 h verweilen gelassen (getempert).

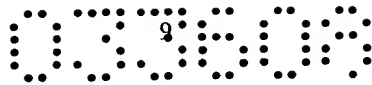


Beispiel 1

In einen Autoklaven mit 100 ml Volumen wurden 20 g Melamin mit einem Melamgehalt von 2 Gew. % und einem Melemgehalt von 1 Gew. % eingebracht, der Autoklav unter NH_3 -Zufuhr auf eine Temperatur von 370 °C bei einem NH_3 -Druck von 250 bar gebracht und 2 h bei dieser Temperatur und diesem Druck gehalten. Dann wurde unter NH_3 -Zufuhr während 1 h auf 320 °C abgekühlt, wobei der Druck von 250 bar gehalten wurde, 30 min bei dieser Temperatur gehalten und die Melaminschmelze anschließend in einen zweiten Autoklaven (1000 ml Volumen), in dem sich eine wäßrige Ammoniaklösung mit einer Temperatur von 159 °C bei einem Druck von 12 bar befanden, gesprüht. Dabei verfestigte sich das Melamin, die Temperatur im zweiten Autoklaven stieg auf 168 °C, der Druck auf 24 bar. Nach Abkühlen des Autoklaven, Filtrieren und Trocknen wurde Melamin mit einer Reinheit von 99,1 % erhalten.

Beispiel 2

In einen Autoklaven mit 100 ml Volumen wurden 20 g Melamin mit einem Melamgehalt von 2 Gew. % und einem Melemgehalt von 1 Gew. % eingebracht, der Autoklav unter NH_3 -Zufuhr auf eine Temperatur von 370 °C bei einem NH_3 -Druck von 250 bar gebracht und 2 h bei dieser Temperatur und diesem Druck gehalten. Dann wurde unter NH_3 -Zufuhr während 1 h auf 330 °C abgekühlt, wobei der Druck von 250 bar gehalten wurde, 30 min bei dieser Temperatur gehalten und die Melaminschmelze anschließend in einen zweiten Autoklaven (1000 ml Volumen), in dem sich eine wäßrige Ammoniaklösung mit einer Temperatur von 62 °C bei einem Druck von 1 bar befanden, gesprüht. Dabei verfestigte sich das Melamin, die Temperatur im zweiten Autoklaven stieg auf 81 °C, der Druck auf 4 bar. Nach Abkühlen des Autoklaven, Filtrieren und Trocknen wurde Melamin mit einer Reinheit von 98,8 % erhalten.



Beispiel 3

In einen Autoklaven mit 100 ml Volumen wurden 20 g Melamin mit einem Melamgehalt von 2 Gew. % und einem Melemgehalt von 1 Gew. % eingebracht, der Autoklav unter NH_3 -Zufuhr auf eine Temperatur von 370 °C bei einem NH_3 -Druck von 250 bar gebracht und 2 h bei dieser Temperatur und diesem Druck gehalten. Dann wurde unter NH_3 -Zufuhr während 1 h auf 350 °C abgekühlt, wobei der Druck von 250 bar gehalten wurde, 30 min bei dieser Temperatur gehalten und die Melaminschmelze anschließend in einen zweiten Autoklaven (1000 ml Volumen), in dem sich eine wässrige Ammoniaklösung mit einer Temperatur von 63 °C bei einem Druck von 1 bar befanden, gesprüht. Dabei verfestigte sich das Melamin, die Temperatur im zweiten Autoklaven stieg auf 88 °C, der Druck auf 4 bar. Nach Abkühlen des Autoklaven, Filtrieren und Trocknen wurde Melamin mit einer Reinheit von 98,6 % erhalten.

Vergleichsbeispiel 1

In einen Autoklaven mit 100 ml Volumen wurden 20 g Melamin mit einem Melamgehalt von 2 Gew. % und einem Melemgehalt von 1 Gew. % eingebracht, der Autoklav unter NH_3 -Zufuhr auf eine Temperatur von 370 °C bei einem NH_3 -Druck von 250 bar gebracht und 2 h bei dieser Temperatur und diesem Druck gehalten. Dann wurde die Melaminschmelze in einen zweiten Autoklaven (1000 ml Volumen), in dem sich eine wässrige Ammoniaklösung mit einer Temperatur von 62 °C bei einem Druck von 1 bar befanden, gesprüht. Dabei verfestigte sich das Melamin, die Temperatur im zweiten Autoklaven stieg auf 94 °C, der Druck auf 5 bar. Nach Abkühlen des Autoklaven, Filtrieren und Trocknen wurde Melamin mit einer Reinheit von 97,5 % erhalten.

Ansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von reinem Melamin, dadurch gekennzeichnet, daß die in einem Hochdruckprozeß aus Harnstoff hergestellte Melaminschmelze, gegebenenfalls nach Strippen der Offgase und gegebenenfalls nach Verweilen in einem Aging-Behälter, unter Zufuhr von Ammoniak auf eine Temperatur, die etwa 1 bis 50 °C über dem vom jeweiligen Ammoniakdruck abhängigen Schmelzpunkt des Melamins liegt, gekühlt wird, worauf entweder
 - a) mit Wasser oder einer wäßrigen, Ammoniak und/oder Melamin enthalten- den Lösung oder Suspension gequenchet und das Melamin verfestigt - oder
 - b) mit kaltem flüssigem oder gasförmigem Ammoniak gequenchet wird, wobei sich das Melamin verfestigt, welches dann in einem zweiten Schritt mit Wasser oder einer wäßrigen Ammoniak und/oder Melamin enthaltenden Lösung oder Suspension weiter gekühlt und
 - c) das Melamin anschließend isoliert wird.
2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Abkühlung der Melaminschmelze auf die Temperatur, die etwa 1 bis 50 °C über dem Schmelzpunkt des Melamins liegt, durch Einleiten von kaltem flüssigem oder gasförmigem Ammoniak erfolgt.
3. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das gemäß a) oder b) erhaltene, als Suspension vorliegende Melamin, durch Zufuhr einer wäßrigen ammoniakalischen Lösung, bevorzugt einer rück- geführten bei der Kristallisation anfallenden Mutterlauge gelöst, die Lösung gegebenenfalls mit NaOH versetzt, gegebenenfalls verweilen gelassen, gege- benenfalls das gelöste Ammoniak gestrippt, anschließend filtriert und das Melamin auskristallisiert und isoliert wird.

4. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Melaminschmelze in Stufe a) durch rückgeführte, bei der Kristallisation anfallende Mutterlauge gequenchet wird.
5. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Melaminschmelze bei einem Ammoniakdruck von etwa 50 bis 1000 bar unter Zufuhr von Ammoniak auf eine Temperatur, die etwa 1 bis 50 °C über dem Schmelzpunkt des Melamins liegt, abgekühlt wird.
6. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Melaminschmelze auf eine Temperatur, die etwa 1 bis 30 °C über dem Schmelzpunkt des Melamins liegt, abgekühlt wird.
7. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Melaminschmelze durch Einleiten von Ammoniak während etwa 1 min bis 10 h auf eine Temperatur, die etwa 1 bis 50 °C über dem Schmelzpunkt des Melamins liegt, abgekühlt wird.
8. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß in Stufe a) bei einer Temperatur von etwa 25 °C bis 300 °C, bevorzugt von etwa 50 °C bis 200 °C und einem Druck von etwa 1 bis 100 bar, bevorzugt von etwa 1 bis 50 bar gequenchet wird.
9. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß in Stufe b) bei einer Temperatur von etwa 200 °C bis 270 °C und einem Druck von etwa 1 bis 100 bar, bevorzugt etwa 1 bis 50 bar gequenchet wird und dann im zweiten Schritt auf etwa 50 °C bis 200 °C weiter gekühlt wird.

10. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß aus den Offgasen des Melaminreaktors Melamin und Harnstoff mittels einer Harnstoffschmelze ausgewaschen werden, die sich dabei gleichzeitig erwärmt und anschließend die Harnstoffschmelze zur Melaminsynthese in einen Melaminreaktor und die Offgase in einen Harnstoffreaktor geführt werden.
11. Verfahren gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß die von Melamin und Harnstoff befreiten Offgase, gegebenenfalls unter Zuhilfenahme von Ammoncarbonatlösung und/oder Ammoncarbamatlösung, die aus einer Harnstoffanlage oder der Melaminanlage abgezogen werden, kondensiert werden und die anfallende Wärme zum Vorwärmen des in der Harnstoffanlage eingesetzten flüssigen Ammoniaks, bzw. zur Produktion von Dampf verwendet wird.

O.Z. 1182

11.11.1998

Agrolinz Melamin GmbH

Kump Klose

Zusammenfassung

Verfahren zur Herstellung von reinem Melamin, bei dem die in einem Hochdruckprozeß aus Harnstoff hergestellte Melaminschmelze unter Zufuhr von Ammoniak auf eine Temperatur, die etwa 1 bis 50 °C über dem vom jeweiligen Ammoniakdruck abhängigen Schmelzpunkt des Melamins liegt, gekühlt wird, worauf entweder

- a) mit Wasser oder einer wäßrigen, Ammoniak und/oder Melamin enthaltenden Lösung oder Suspension gequenchet und das Melamin verfestigt - oder
- b) mit kaltem flüssigem oder gasförmigem Ammoniak gequenchet wird, wobei sich das Melamin verfestigt, welches dann in einem zweiten Schritt mit Wasser oder einer wäßrigen Ammoniak und/oder Melamin enthaltenden Lösung oder Suspension weiter gekühlt und
- c) das Melamin anschließend isoliert wird.